

(19)

JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 07207009 A

(43) Date of publication of application: 08.08.95

(51) Int. Cl.

C08G 63/78

C08G 63/183

(21) Application number: 06004478

(71) Applicant: MITSUBISHI CHEM CORP

(22) Date of filing: 20.01.94

(72) Inventor: AKAHA YOSHIO
YONEDA MINORU
KAMINAN YOSHIO(54) PRODUCTION OF POLYETHYLENE
TEREPHTHALATE

(57) Abstract:

PURPOSE: To produce polyethylene terephthalate with stable qualities by controlling the degree of vacuum in the final reactor using an estimation of the melt viscosity of the polymer taken out of the final reactor in the continuous polycondensation process for producing the polymer.

CONSTITUTION: Polyethylene terephthalate (PET) is continuously produced by the polycondensation of bis(β -hydroxyethyl) terephthalate (BHET) melt in the presence of a catalyst using reactors arranged in series while removing ethylene glycol under a reduced pressure. The polycondensation is conducted while controlling the degree of vacuum of the final reactor by estimating the viscosity of the polymer taken out of the final reactor using an estimation model prepd. in advance. The model expresses the change in the degree of vacuum and the change with time in the melt viscosity of PET at constant vigorousness and temp. of agitation in the final reactor by using the equation (wherein the left side is the viscosity at the time $k+1$; a_j is a coefficient; and Δu is the amt. of operation of the degree of vacuum) obtd. from actual production data, inputs those changes into a computer, and estimates and controls the degree of vacuum.

$$y_{k+1} = \sum_{j=1}^N a_j \Delta u_{k+1-j}$$

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-207009

(43) 公開日 平成7年(1995)8月8日

(51) Int.Cl.⁶

C 0 8 G 63/78

63/183

識別記号

NMF

NMZ

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の枚数 2 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平6-4478

(22) 出願日 平成6年(1994)1月20日

(71) 出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 赤羽 祥男

三重県四日市市京邦町1番地 三菱化成株式会社四日市工場内

(72) 発明者 米田 稔

三重県四日市市京邦町1番地 三菱化成株式会社四日市工場内

(72) 発明者 上南 善生

三重県四日市市京邦町1番地 三菱化成株式会社四日市工場内

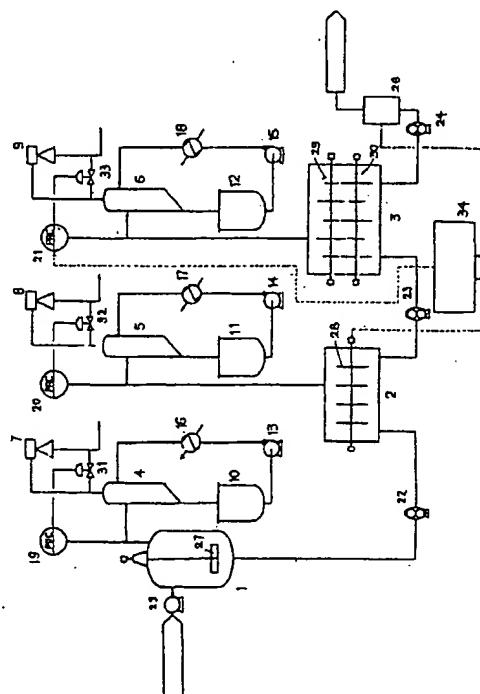
(74) 代理人 弁理士 長谷川 曉司

(54) 【発明の名称】 ポリエチレンテレフタレート製造方法

(57) 【要約】

【目的】 品質の安定したポリエチレンテレフタレートを一工業的に連続して製造するための方法に関する。

【構成】 ポリエチレンテレフタレートの連続的製造法において、特定の予測モデルにより、最終重合反応器の真空度を制御しながら重合を行うことを特徴とする製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ビス(β-ヒドロキシエチル)テレフタレートオリゴマーを直列に配設された複数基の反応器を用いて触媒の存在下、真空減圧下にて熔融状態で重縮合させてポリエチレンテレフタレートを連続的に製造するにあたり、最終反応器から抜き出されるポリマーの熔融粘度と最終反応器の真空度操作量との関係から作成された予測モデルにより、熔融粘度の将来の値を予測しながら最終反応器の真空度操作量の最適値を算出し、最終反応器の真空度を制御しつつ重縮合を行うことを特徴とするポリエチレンテレフタレートの製造法。

【請求項2】 熔融粘度と最終反応器の直前の反応器における攪拌回転軸の電動機電流測定値との関係から作成された予測モデルを加算することを特徴とする、請求項1に記載のポリエチレンテレフタレートの製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ポリエチレンテレフタレート(以下、PETという)の製造法に関するものであり、詳しくは、安定した品質のPETを連続して製造する工業的に有利な方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 PETは、合成繊維としてだけでなく、フィルム用、ボトル用、その他幅広い分野において利用されている。PETの利用分野が広がるに従い、PETに要求される物性も厳しくなり、しかも、安定した品質の製品が要求されている。PETは、通常テレフタル酸にエチレングリコールを反応させるエステル化反応又はテレフタル酸ジメチルエステルにエチレングリコールを反応させるエステル交換反応によって、ビス(β-ヒドロキシエチル)テレフタレート(以下、BHETという)オリゴマーを得、次いで、これを触媒の存在下、真空減圧下においてエチレングリコールを除去しながら重縮合する方法によって製造されている。

【0003】 又PETの製造方式としては、(1)1基の重縮合反応器(単に反応器ともいう)により重縮合反応を行う回分式重合法と、(2)複数基の反応器を直列に配設し、BHETをこれらの反応器に順次流通させて、逐次重合度を向上させて最終反応器より所望の重合度のPETを得る連続重縮合法があるが、現在は生産性、品質及びコスト面において極めて有利な(2)連続重縮合法によることが通常となっている。

【0004】 連続重縮合法により安定した品質の製品を得るためには、製品の重合度を一定の範囲に保持することが必要であり、そのためには各重合反応器における反応条件及び操作条件を一定に保持すればよいが、連続重縮合法は複数の重合反応器を用いる等のこともあって、実際には反応条件及び操作条件を一定に保持することは極めて困難である。

【0005】 従来、得られる製品の品質のバラツキを抑

制するために、例えば反応温度、反応混合物の粘度、重合反応器内の滞留量、重合反応器内の真空度等を測定し、これらの設定値を各反応器ごとに特定の範囲内に維持するような制御方法が採用されている。例えば、特公昭53-23878号公報では、各反応器の入口及び出口の熔融粘度の測定値とそれぞれの目標値との偏差により、カスケード操作値として各反応器の重合度制御系の熔融粘度の設定値、また必要な場合には一基前の反応器出口の熔融粘度目標値を自動的に変更させることにより、一定の熔融粘度を持つポリマーを得る方法が提案されている。

【0006】 特公昭53-24233号公報では、各反応器の出口の熔融粘度の測定値とそれぞれの目標値との偏差及びそれぞれの反応器の入口側における重合体の流量とそれぞれの基準値との偏差により、カスケード操作値として該反応機内の真空度及び/又は温度を制御する方法が提案されている。特公昭59-43049号公報では、外乱である重縮合反応器の攪拌動力又は攪拌軸反力の測定値により、自動的に重縮合反応器の真空度を調節する方法が提案されている。

【0007】 特開昭51-117794号公報及び特開昭53-97090号公報では、特定の重縮合反応器の入口前及び出口後の固有粘度の測定値を基礎としてフィードフォワード、フィードバックのアルゴリズムを作動させて最終的に得られる熔融ポリエステル粘度を自動的に制御するシステム及び装置が提案されている。上記の提案されている諸方法である程度の品質管理はできるものの、異常値の認識から対応までの間に大幅な時間的遅れが生じるなどのために、安定した品質の製品を得るには満足な方法とはいえない。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、前記PETの製造法において、上記問題点を解決し、品質の均一な製品を安定的に製造する工業的に有利な方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記課題を解消した製造法を提供すべく鋭意検討した結果、最終重縮合反応器から抜き出されるポリマーの熔融粘度と重縮合時の反応器内の真空度操作量との相関関係から作成された予測モデルによって、最終重縮合反応器の熔融粘度の将来の値を予測しながら最終重縮合反応器の真空度操作量を制御することにより、上記目的が達成されるとの知見を得て本発明を完成した。

【0010】 すなわち、本発明は、ビス(β-ヒドロキシエチル)テレフタレートオリゴマーを直列に配設された複数基の反応器を用いて触媒の存在下、真空減圧下にて熔融状態で重縮合させるポリエチレンテレフタレートを連続的に製造するにあたり、最終反応器から抜き出されるポリマーの熔融粘度と最終反応器の真空度操作量

との関係から作成された予測モデルにより、熔融粘度の将来の値を予測しながら最終反応器の真空度操作量の最適値を決定し、最終反応器の真空度を制御しつつ重縮合を行うことを特徴とする。

【0011】以下、本発明を詳細に説明する。本発明では、ビス(β-ヒドロキシエチル)テレフタレート(BHET)のオリゴマーを原料とする。BHETのオリゴマーは、通常、(1)テレフタル酸にエチレングリコールを反応させるエステル化反応、又は、(2)テレフタル酸ジメチルエステルにエチレングリコールを反応させるエステル交換反応、などの公知の方法によって容易に製造される。例えば、(2)テレフタル酸とエチレングリコールとのエステル化反応について、以下に簡単に説明する。

【0012】反応槽にテレフタル酸とエチレングリコールとを、エチレングリコール/テレフタル酸のモル比1.0~2.0の割合、好ましくは1.1~1.6の割合で仕込み、加熱下に反応させる。エステル化反応は通常無触媒であるが、場合により触媒を存在させてもよい。この反応を遂行するための反応槽には制限はないが、堅型攪拌槽が好ましい。

【0013】反応圧力は常圧、加圧、減圧いずれでもよく、減圧の場合には例えば、0.01~0.8 kg/cm² Gの範囲で選ぶのが好ましく、反応温度は240~270℃の範囲でそれぞれ選ぶのが好ましい。この反応により、3~12の重合度をもつBHETオリゴマーを製造する。このように製造したBHETのオリゴマーは、熔融状態で反応槽から抜き出され、次に続くPET製造用の連続反応装置の最初の反応器に供給される。

【0014】本発明の方法による時は、上記BHETを原料とし、直列に配設した複数基の反応器を用いて、触媒の存在下、真空中でエチレングリコールを除去しながら熔融状態で重合度を向上させることにより、所望の重合度のPETを連続的に製造する。重縮合反応器(反応器)は、複数基、通常は2~4基を直列に配設する。反応器の型は堅型又は横型のいずれであってもよく、これらを複数基組み合わせるときは、堅型同士、横型同士に限らず、両者を混在して組み合わせてもよい。

【0015】重縮合反応器は、加熱用ジャケット、攪拌機、温度計、温度調節計、粘度計、真空排気装置(エジェクター)、真空度記録計、真空度コントロールバルブ、凝縮器、凝縮液レシーバー、凝縮液循環ポンプ、反応混合物移送ポンプ等を装備しているのが好ましい。図1は、本発明方法に従いPETを連続的に製造する際の一例を示すフローチャートを示す。

【0016】図2において、1は堅型反応機、2、3は横型反応機、4、5、6は凝縮器、7、8、9は真空排気装置(エジェクター)、10、11、12は凝縮液レシーバー、13、14、15は凝縮液循環ポンプ、16、17、18は冷却器、19、20、21は真空度調節

計、22、23、24はギヤポンプ、25は送液ポンプ、26は粘度計、27、28、29、30は攪拌機、31、32、33は真空度コントロールバルブ、34は計算機をそれぞれ示す。

【0017】実線は原料、反応混合物などが流れる管を意味し、点線は計算機による制御系を意味する。第1反応器1は、外側の加熱用ジャケット(図示せず)を装備し、反応器内に温度計(図示せず)、攪拌器27を装備している。反応器の外側には送液ポンプ25、反応器内を真空にするための真空排気装置7、反応器1内から揮発する蒸気を凝縮させるための凝縮器4、凝縮液を受けるレシーバー10、凝縮液を循環させる循環ポンプ13、凝縮液を冷却する冷却器16、反応液を次の反応器に送るギヤポンプ22が装備される。

【0018】第1反応器内の真空度は、真空排気装置7を作動させることによって達成される。この際、反応器内の真空度は真空度調節計19の作動によりコントロールバルブ31の開閉を調節し、好ましい水準に維持することができる。なお、反応器の真空度を一定にする際、反応器内からエチレングリコールなどの低沸点成分が蒸気となって排除される。これらを凝縮液冷却器16で冷却した凝集液を凝縮器4内でノズルより噴霧して凝縮させ、凝縮液レシーバー10に溜める。レシーバー10に溜まった凝縮液は主成分がエチレングリコールであるが、少量の水、アルデヒドを含んでいるので、精留したあとBHET製造に再使用される。

【0019】第1反応器における反応は、原料のBHETが送液ポンプ23によって連続的に一定量で移送され、開始される。反応器1では通常、温度260~280℃、真空度10~50 torrの範囲で、滞留時間1~2時間の範囲で選ばれ、275℃における熔融粘度が15~20 poiseの低重合体に重合する。第2反応器2に装備するものは、第1反応器における場合と差はないが、横型であるので攪拌機の構造は横型反応器に合致するように選ばれている。また、第2反応器にあっては、その攪拌機に攪拌回転軸の負荷を測定するために攪拌軸回転用電動機の電流計とその記録計が装備されている。この第2反応器2では、攪拌回転軸に負荷される反力を電流計によって測定し、これを記録し計算機27に記憶させる。この攪拌回転軸の反力の電流計による測定値履歴は、2~20分、好ましくは、6~15分間隔を1ステップとして数十ステップ分を記録し、計算機に記憶させておくことにより、第2反応器の重縮合反応条件の制御に活用することができる。

【0020】第2反応器における反応は、反応器1で得られた重縮合反応混合物をギヤポンプ22によって一定量で連続的に移送し、開始、継続される。反応器2では通常、温度265~295℃、真空度2~10 torr、滞留時間1~2時間の範囲で選ばれ、275℃における熔融粘度が500~1000 poiseに重合され第3

反応器3に移送される。

【0021】第3反応器3に装備するものは、第2反応器におけると差はない。反応器外には得られたポリマー(PET)の粘度を測定する粘度計26が設置されており、その先には製品PETの紡糸用又はストランド形成用ダイが設置される。第3反応器3では、装備された真空度調節計21によってこの反応器3の真空度を測定し、調節し、計算機27に記憶させる。この真空度の測定値履歴は、2〜20分、好ましくは、6〜15分間隔を1ステップとして数十ステップ分を測定し、計算機に記憶させておくことにより、第3反応器の重縮合条件の制御に活用することができる。

【0022】第3反応器3では、装備された粘度計26によってこの得られた重縮合反応混合物の粘度が測定される。第3反応器における反応は、反応器2で得られた重縮合反応混合物をギヤポンプ23によって、連続的に一定量で移送して、開始、継続される。反応器3では通常、温度270〜290℃、真空度0.5〜3torr、滞留時間1〜2時間の範囲で選ばれ、275℃における溶融粘度500〜10000poiseに重合される。高粘度のPETは、直接紡糸してPET繊維とすることができるほか、チップ化して成形材料として供することができる。

【0023】本発明方法に従ってPETを製造する際には、触媒を使用する。使用できる触媒は、従来からPE*

*T製造用触媒として使用されているものが制限なしに使用可能である。触媒の具体例としては、アンチモン化合物、ゲルマニウム化合物が挙げられる。その中でも通常、三酸化アンチモン、二酸化ゲルマニウムなどの酸化物が好ましい。

【0024】この触媒は通常、上記第1反応器に供給するが、場合によりBHEの製造工程から存在させてもよい。触媒の使用量は通常、精製ポリマーに対して50〜400ppmの範囲で選ぶのが好ましい。本発明方法による時は、特別の制御方法を採用する。すなわち、最終反応器から抜き出されるポリマー(PET)の溶融粘度と最終反応器の真空度操作量との関係から作成された予測モデルにより、溶融粘度の将来の値を予測しながら、最終反応器の真空度操作量の最適値を算出し、最終反応器の真空度を制御する方法を採用する。

【0025】予測モデルは、最終反応器内の攪拌強度、温度を一定に維持しつつ、ある時点で最終反応器内の真空度を一定量変化させた場合の操作量と、これに伴い変動する最終反応器から抜き出されるPETの溶融粘度との時間的変化を表すモデルであり、反応器を使って実際にPETを製造したデータにより作成される。予測モデルは次式(1)により表され、計算機27に組み込まれている。

【0026】

【数1】

$$y_m(k+1) = \sum_{j=1}^N a_j \Delta u(k+1-j) \quad \dots (1)$$

但し式中、 $y_m(k+1)$ ：時刻 $k+1$ における溶融粘度の出力値

a_j ：係数 $\lim_{j \rightarrow \infty} a_j = \text{定数}$

$j \rightarrow \infty$

$\Delta u(k+1-j)$ ： $u(k+1-j) - u(k-j)$

真空度の操作量を意味する

【0027】本発明方法においては、最終反応器における反応混合物の溶融粘度の現在値と真空度の操作履歴をもとにして、上記式(1)で表される予測モデルにより当該反応混合物の溶融粘度の将来の値を予測する。具体※

$$y_p(k+L) = y_0 + y_m(k+L) - y_m(k) \quad \dots (2)$$

($L=1, 2, \dots, p$)

但し式中、 y_0 ：溶融粘度の現在値

【0029】上記式(2)により最終反応器における反応混合物の溶融粘度のLステップ先までの挙動を予測することができるが、それより、最終反応器における真空度の操作量の最適値を計算する。具体的には、最終反応器における反応混合物の溶融粘度の目標値と予測値との偏差を小さくするために、 $\sum (\text{目標値} - \text{予測値})^2$ を表

※的には、最終反応器における反応混合物の溶融粘度の現在値が測定され計算機27に入力されると、計算機27に蓄積されている過去数十ステップ分の真空度の操作量のデータから、上記式(1)で表される予測モデルをもとに、Lステップ先の反応混合物の溶融粘度の予測値 $[y_p(k+L)]$ が下記式(2)によって計算される。

【0028】

【数2】

す下記式(3)の評価関数(J)を最小にするような現時刻以降の真空度の操作量列、 $\Delta u(k), \Delta u(k+1), \dots, \Delta u(k+L)$ を算出する。1ステップ先の真空度操作量の最適値は $\Delta u(k)$ であり、この値のみを真空度調節計21に出力し、最終反応器の真空度を制御する。

【0030】

【数3】

$$J = \sum_{L=1}^P \{s_p - y_p(k+L)\}^2 \quad \dots (3)$$

但し式中、 s_p ：プロセス出力の目標値

【0031】上記の一連の計算を1ステップごとに繰り返し行うことにより、最終反応器内の真空度が最適となるよう制御することが出来る。また、操作量が大きすぎると、真空度操作が急激なものとなり溶融粘度が不安定になる場合があるが、式(3)における評価関数(J)*

*に操作量 Δu の項を設けて式(4)のようにすると、操作量及び偏差をともに小さくすることができ、より厳密な制御が可能となる。

【0032】

【数4】

$$J = \lambda \sum_{L=1}^P \{s_p - y_p(k+L)\}^2 - \phi \sum_{L=1}^P \{\Delta u(k+L)\}^2 \quad \dots (4)$$

但し式中、 λ 、 ϕ ：各項の重み比

【0033】更に、第2反応器及び／又は最終反応器における反応混合物の溶融粘度と、重縮合反応を乱す外乱の1つである攪拌機電動機の電流値との関係についても、式(1)のような予測モデルを作成し、上記と同様の手順で作成した反応混合物の溶融粘度の現在値と攪拌軸回転用電動機の電流の測定値履歴から、反応混合物の溶融粘度の将来の値の予測値の評価関数を、上記式

(1)に加算して制御することにより、いっそう厳密な制御が可能になる。

【0034】次に、本発明を実施例及び比較例により更に詳細に説明するが、本発明は、その要旨を越えない限り、以下の実施例の記述に限定されるものではない。

<実施例>テレフタル酸とテレフタル酸に対して1.5倍モルのエチレングリコール130モルとを、触媒不存在下、0.5kg/cm²Gの圧力下で混合してスラリー状とし、縦型エステル化装置によってエステル化反応させ、重合度3～5のBHETオリゴマーを得た。

【0035】このBHETを、図1に示した連続装置に毎時2600kgの流量で反応器の入り口から連続的に供給した。各反応器の内温は、第1反応器1は272.0℃、第2反応器2は276.6℃、第3反応器3は278.6℃にそれぞれ、保持した。又、各反応器内の真空度初期値はそれぞれ20torr、2～3torr、1～2torrとした。

【0036】1ステップを6分間隔として測定し、計算機27に記憶させておいた過去40ステップ分の第3反応器の真空度操作量のデータ、及び第2反応器の攪拌機電動機の電流値のデータを基に、計算機27にあらかじめ組み込まれている前記式(1)で表される予測モデルをもとにして、反応混合物の溶融粘度の将来の値の20ステップ先までの予測値を計算した。次に、前記式(3)の評価関数を最小にするような真空度の操作量の動向を20ステップ先まで算出し、そのうち1ステップ先の操作量のみを真空度調節計21に出力した。上記の一連の操作を1ステップごとに繰り返し、連続運転を行った。第3反応器3から抜き出された反応混合物(PET)の温度288℃での溶融粘度を、細管式粘度計により測定

した。2時間ごとの反応混合物の粘度測定値より、粘度の平均値及び粘度の標準偏差を算出し、得られた結果を表-1に示した。

【0037】<比較例>初期条件、評価方法は実施例と同様に行った。最終反応器の真空度制御は、熟練オペレーターが粘度測定値を常時監視しながら、手動で調整する方式を採用した。実施例におけると同様に、2時間ごとに反応混合物の粘度測定値より、粘度の平均値及び標準偏差を算出し、得られた結果を表-1に示した。

【0038】

【表1】

表-1

	実施例	比較例
粘度目標値	1250	1250
平均値	1250	1256
標準偏差	10.7	28.8

【0039】表-1から明らかなとおり、本発明方法によるときは、得られるPETの溶融粘度は目標値との格差がなく、溶融粘度にバラツキの幅も小さい。これに対して比較例の場合には、実測した粘度の平均値とは目標値よりも大きく、かつバラツキの幅が大きい。

【0040】

【発明の効果】本発明に係るポリエステル製造方法は、制御系に予測モデルを組み込み、過去の真空度操作量履歴から最終重縮合反応器から抜き出されるポリマーの溶融粘度の将来の挙動を予測することにより、最終段重縮合反応器内の真空度の制御を従来にないほどに厳密に行うことが可能となり、これによって安定した高品質の製品ポリエチレンテレフタレートを得ることが可能になった。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明方法に従いPETを連続的に製造する際の一例を示すフローチャートを示す。

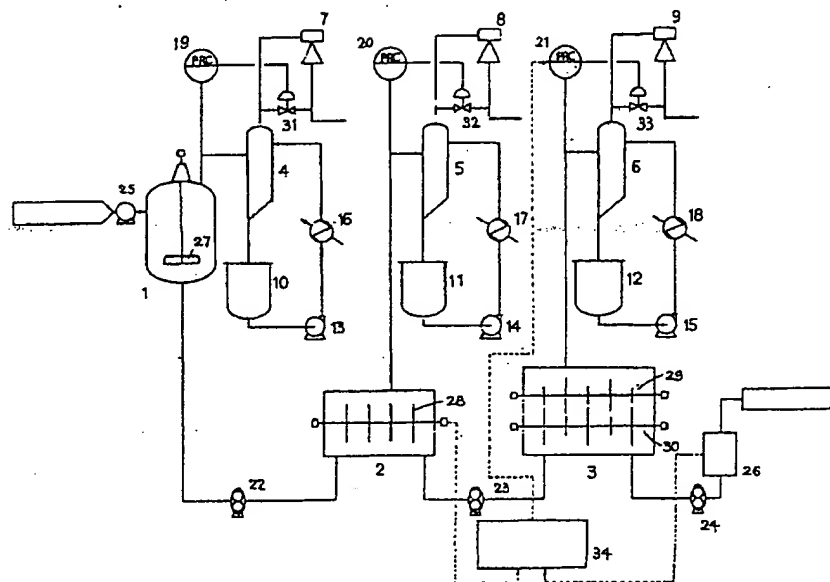
【符号の説明】

- 1…縦型反応器
- 2…横型反応器
- 3…横型反応器

4、5、6…凝縮器
7、8、9…真空排気装置（エジェクター）
10、11、12…凝縮液レシーバー
13、14、15…凝縮液循環ポンプ
16、17、18…冷却器
19、20、21…真空度調節計

22、23、24…ギヤポンプ
25…送液ポンプ
26…粘度計
27、28、29、30…攪拌機
31、32、33…真空度コントロールバルブ
34…計算機

【図1】



【手続補正書】

【提出日】平成6年2月25日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正内容】

【0021】第3反応器3に装備するものは、第2反応器2における差はない。反応器外には得られたポリマー（PET）の粘度を測定する粘度計26が設置されており、その先には製品PETの紡糸用又はストランド形成用ダイが設置される。第3反応器3では、装備された真空度調節計21によってこの反応器3の真空度を測定し、調節し、計算機34に記憶させる。この真空度の測定履歴は、2～20分、好ましくは、6～15分間隔を1ステップとして数十ステップ分を測定し、計算機34に記憶させておくことにより、第3反応器3の重縮合条件の制御に活用することができる。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正内容】

【0025】予測モデルは、最終反応器内の攪拌強度、温度を一定に維持しつつ、ある時点で最終反応器内の真空度を一定量変化させた場合の操作量と、これに伴い変動する最終反応器から抜き出されるPETの熔融粘度との時間的変化を表すモデルであり、反応器を使って実際にPETを製造したデータにより作成される。予測モデルは次式（1）により表され、計算機34に組み込まれている。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】本発明方法においては、最終反応器における反応混合物の熔融粘度の現在値と真空度の操作履歴をもとにして、上記式（1）で表される予測モデルにより当該反応混合物の熔融粘度の将来の値を予測する。具体的には、最終反応器における反応混合物の熔融粘度の現在値が測定され計算機34に入力されると、計算機34に蓄積されている過去数十ステップ分の真空度の操作

量のデータから、上記式(1)で表される予測モデルをもとに、Lステップ先の反応混合物の熔融粘度の予測値 $[y_p(k+L)]$ が下記式(2)によって計算される。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0036

【補正方法】変更

【補正内容】

【0036】1ステップを6分間隔として測定し、計算機34に記憶させておいた過去40ステップ分の第3反応器の真空度操作量のデータ、及び第2反応器の攪拌電動機のデータを基に、計算機34にあらかじめ組み込ま

れている前記式(1)で表される予測モデルを基にして、反応混合物の将来の値の20ステップ先までの予測値を計算した。次に、前記式(3)の評価関数を最小にするような真空度の操作量の動向を20ステップ先まで算出し、そのうち1ステップ先の操作量のみを真空度調節計21に出力した。上記の一連の操作を1ステップごとに繰り返し、連続運転を行った。第3反応器3から抜き出された反応混合物(PET)の温度288℃での熔融粘度を、細管式粘度計により測定した。2時間ごとの反応混合物の粘度測定値より、粘度の平均値及び粘度の標準偏差を算出し、得られた結果を表-1に示した。